

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-148002

(43)Date of publication of application : 06.06.1990

(51)Int.Cl.

G02B 1/10

(21)Application number : 63-302600

(71)Applicant : NIPPON SHEET GLASS CO LTD

(22)Date of filing : 30.11.1988

(72)Inventor : MATSUDA ATSUNORI
MATSUNO YOSHIHIRO
KATAYAMA SHINYA
SUMI TOSHIO

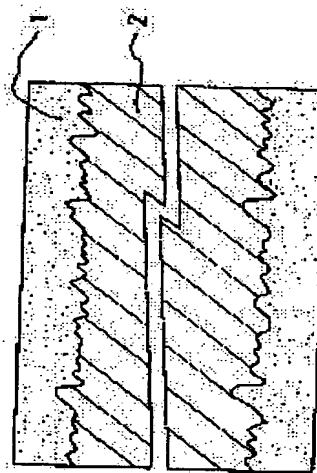
(54) OPTICAL PARTS

(57)Abstract:

PURPOSE: To eliminate the need for a polishing stage and to drastically reduce the fabrication cost by smoothing the rough surfaces of the optical parts by using solid transparent bodies consisting of the polymn. product of the compd. expressed by the specific formula.

CONSTITUTION: The light incident and exit surfaces of a base material 2 for the optical parts consisting of glass, ceramics, etc., are smoothed by using the solid transparent film bodies 1 to fill the ruggedness of the rough surfaces.

The polymn. product formed by the hydrolysis of the metallic org. compd. expressed by $R_1M_1(OR_2)_m$ (M_1 : metal, R_1 , R_2 : 1 to 6C org. group; m is a natural number) is used as the film bodies 1. Such film bodies 1 fill the ruggedness of the rough surfaces of the base body 2 and exhibit the function of smoothing the surfaces of the parts and, therefore, the need for the polishing stage which is heretofore needed is eliminated and the fabrication cost is drastically reduced.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-148002

⑬ Int. Cl.⁵

G 02 B 1/10

識別記号

Z

庁内整理番号

8106-2H

⑭ 公開 平成2年(1990)6月6日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

⑮ 発明の名称 光学部品

⑯ 特 願 昭63-302600

⑰ 出 願 昭63(1988)11月30日

⑱ 発 明 者 松 田 厚 範 大阪府大阪市東区道修町4丁目8番地 日本板硝子株式会社内

⑱ 発 明 者 松 野 好 洋 大阪府大阪市東区道修町4丁目8番地 日本板硝子株式会社内

⑱ 発 明 者 片 山 慎 也 大阪府大阪市東区道修町4丁目8番地 日本板硝子株式会社内

⑱ 発 明 者 角 俊 雄 大阪府大阪市東区道修町4丁目8番地 日本板硝子株式会社内

⑲ 出 願 人 日本板硝子株式会社 大阪府大阪市東区道修町4丁目8番地

⑳ 代 理 人 弁理士 大野 精市

明 細 書

1. 発明の名称

光学部品

2. 特許請求の範囲

1) 切断、研削等によって得られた粗面状態の光学部品の光入出射面を、粗面の凹凸を埋めて平滑化するように固体透明膜体を設けた光学部品であって、該膜体が、 $R_1M_1(OR_2)_m(M_1$: 金属、 R_1 、 R_2 : 炭素数1~6の有機基)で表わされる金属有機化合物の加水分解縮重合生成物を含むものであることを特徴とする光学部品。

2) 請求項1において、前記膜体が、 $R_1M_1(OR_2)_m$ と、下記式で表わされる1種以上の金属有機化合物との複合縮重合生成物である光学部品。

$R_1M_1(OR_2)_m$ 又は $M_2(OR_2)_n$ ただし M_2 、 M_3 : 金属、 R_1 、 R_2 、 R_3 : 炭素数1~6の有機基、 m 、 n : 自然数。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、研磨工程を簡略化し得る光学部品の

構造に関し、特に耐候性の改善に関する。

(従来の技術)

従来、レンズ、プリズム等の光学部品を製作する場合、研削、ラッピング、研磨の各工程を経て、最終的に表面を鏡面仕上げするのが一般的である。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら、上記従来の光学部品においては、研磨工程に多くの時間と高価な設備が必要なため、安価に製造できない、また高温高湿度で保持すると表面が劣化するなどの重大な問題点があった。

(問題点を解決するための手段)

切断、研削等によって得られた粗面状態の光学部品の光入出射面を、粗面の凹凸を埋めて平滑化するように固体透明膜体で被覆した構造とするとともに、この膜体として、 $R_1M_1(OR_2)_m$ の式で表わされる金属有機化合物の加水分解縮重合生成物を用いる。上記式において、 R_1 及び R_2 は炭素数1~6の有機基、 M_1 は金属、 m は自然数である。

本発明に使用できる光学部品の母材としては、プラスチック、ガラス、透光性セラミックスなど

任意の固体材料が使用できるが、特にガラス、セラミックスなどの無機材料に対して効果が大きい。本発明において、膜体を設ける研磨前の粗面は、最大粗さ $R_{\max} 2 \mu m$ 以下、中心線平均粗さ R_a で $0.2 \mu m$ 以下が望ましい。面粗さが上記数値を越える場合、膜体を設けても完全な平滑面は得られにくい。

設ける膜体の厚みは $0.5 \sim 10 \mu m$ の範囲が望ましい。膜体の厚みが $0.5 \mu m$ 未満の場合、この膜体を設けることによる平滑化の程度が低く、また $10 \mu m$ を越えると、膜体を1回の膜形成操作で設けることが難しく、数回の膜形成操作が必要となり、プロセスの工程が増大する。

$R_1 M_1 (OR_2)_m$ を原料として選択した理由は、 $M_1 (OR_2)_n$ (通常金属アルコキシドと呼ばれ、ゾル-ゲル薄膜製造方法の原料として一般に用いられている) のアルコキシド基: (OR₂基) の1つを、加水分解・縮重合反応に対して不活性な有機基: R_1 に置換したものを原料として用いる事により、この原料から得られる加水分解・縮合体

の構造的自由度が増し、研磨前の粗面を、透明膜体を設けることにより平滑化するに足る厚膜形成がはじめて可能となるためである。

上述した金属有機化合物の金属 M_1 としては、 Si 、 Ti 、 Ta 、 Nb 、 Zr 、 Al 、 Sn 、 Sb 、 B 等が挙げられる。また有機基 R_1 、 R_2 としては、アルキル基、アシル基、フェニル基等が挙げられる。

本発明で使用する金属有機化合物の加水分解・縮重合膜体は、光学部品の母体同様透光性材料であることが必要である。該複合焼成膜の屈折率は、光学部品母体の屈折率に対して ± 0.1 以内で一致することが、光学部品母体と膜体の界面における光の反射を減少させることになり、光学的特性に変化を与えないので好ましい。

従って、膜の屈折率、硬度等を制御するためには、 $R_1 M_1 (OR_2)_m$ 種類の加水分解・縮重合化合物よりも、さらにもう一種類以上の $R_2 M_2 (OR_2)_n$ 、あるいは $M_2 (OR_2)_n$ を加えた複合縮重合化合物であることが好ましい。

3

上記式で、 R_1 、 R_2 、 R_3 はいずれも炭素数6以下の有機基、 M_1 、 M_2 は金属、 i 、 n は自然数である。

本発明に係る膜体は、縮重合反応を促進し、溶媒等の揮発成分を蒸発させるために、焼成することが好ましい。

膜体の焼成温度は、光学部品母体の特性を低下させない程度の温度以下で任意に設定できるが、焼成によって得られる膜体の硬度および光学部品母体との付着力などの特性を考慮すると、 $70^\circ C \sim 400^\circ C$ の範囲内が望ましい。

焼成温度が $70^\circ C$ 未満である場合、膜体中に水分が残留し易く、充分な硬度も得られにくい。また焼成温度が $400^\circ C$ を越えると、膜体の光学部品母体からの剥離が起きやすくなる。

(作 用)

本発明によれば、表面を被覆する膜体が研磨前の光学部品母体の粗い表面凹凸を埋め、光学部品表面を平滑にする機能を果し、従って表面平滑化のために従来は必要であった研磨工程を省略化

4

し大幅に簡略化することができる。

また本発明では、上記膜体の原料として、金属アルコキシドのアルコキシド基 (OR基) の1つを、加水分解・縮重合反応に対して不活性な有機基 (R 基) に置換したものをを用いているため、得られる膜体の構造的自由度が増し、研磨前の光学部品母体の粗い表面の凹凸を埋めるに足る厚膜形成がはじめて可能となり、鏡面研磨に代替し得る表面平滑化を実現することができる。

また該膜体は、光学部品母体の保護膜の役割を果たし、光学部品母体の耐候性を向上させる。

(実施例)

実施例1

メチルトリエトキシシラン: $CH_3Si(OC_2H_5)_3$ をモル比で2倍のエタノールに加えて均一溶液にした。これに希塩酸 (3wt%) を加え、室温で20分間攪拌することにより加水分解を行った。

ここで加える水の量は、メチルトリエトキシシランに対してモル比で1倍とした。

次に、チタニウムテトラノーブトキシド: Ti

5

6

(On Bu)₂を加え、さらに20分間攪拌を続け、最後に再び希塩酸を、加える水の量がメチルトリエトキシシランに対してモル比で1倍（先に加えた量と合わせると2倍）となるように加え、20分間攪拌してコーティング溶液とした。

溶液の組成は、最終焼成酸化物のSiとTiの比が4対1（モル比）となるようにした。最初、メチルトリエトキシシランに対してわずか1モルしか水を加えなかった理由は、メチルトリエトキシシランをモル比で2倍のエタノールに加えて均一溶液としたものに、最初の段階でメチルトリエトキシシランに対してモル比で2倍となるように水を加えると、溶液中に微粒子の生成による白濁を生じたためである。

次に、チタニウムテトラノープトキシドを加えた後、さらにメチルトリエトキシシランに対して1モル倍（先に加えた量と合わせると2モル倍）となるよう水を加えた理由は、コーティング溶液中のゾルの、光学部品母体とのぬれ性を良くするためである。実際、このような操作を行わないコー

ティング溶液を用いた場合、光学部品母体が塗布液をはじいてしまい、均一な膜は得られない。チタニウムテトラノープトキシドを加えた後、さらに先に加えた量と合わせると2モルとなるように水を加えても微粒子生成による白濁を生じないのは、少ない水の存在下で、メチルトリエトキシシランとチタニウムテトラノープトキシドを反応させることにより、Ti-O-Si結合を持った鎖状無機高分子がある程度の大きさまで熟成されているため、急激な微粒子生成を起さないためであると考えられる。

こうして調製した該コーティング溶液を用いて、第1図のように光学部品母体2表面への膜体1の形成を行なった。

母体2としては、屈折率分布型ガラスレンズを使用し、その光入射端面を研磨仕上げする前の、最大粗さR_{max}が約0.5 μmの粗面に対して適用した。

膜形成に当っては、レンズをコーティング溶液に浸漬した後一定速度で引き上げるいわゆるディ

7

ップコーティング法を用いた。

コーティングの後、膜体を形成したレンズを室温で乾燥した後毎分1℃の速度で140℃まで昇温し、最終的に140℃で30分保持する事により熱処理を行った。

上記の操作1回により、レンズ面上に膜厚2.2 μmで屈折率1.47の膜体1を形成することができ、この膜体1の形成により、レンズ面の最大粗さR_{max}は0.1 μm以下に減少して鏡面平滑状態となり、膜体1を形成する前には解像しなかったものが解像するようになった。

また膜体1は、鉛筆試験硬度が4H以上と良好な接着性を示した。

次に上記のようにして製作した膜体付きガラスレンズについて耐候性試験を行った。

比較のために、膜体1を形成していないガラスレンズについても同時に耐候性試験を行った。耐候性試験は、70℃で相対湿度90%の雰囲気下で100時間保持することにより行った。

耐候性試験の後、膜体を形成していないレンズ

8

には、いわゆるヤケと呼ばれる劣化が表面に認められた。一方、膜体を形成した光学部品の表面は耐候性試験前と同様に均一で、劣化や析出物の発生は認められなかった。

従って、膜体1は、未研磨光学部品母体2の表面を平滑化すると同時に、表面の保護層として機能していることがわかる。

本実施例と同一の作製方法により、最終熱処理温度のみを100℃、200℃、350℃と変えて、膜体1を形成したガラスレンズについて同様の評価を行った。

その結果、熱処理温度が100℃、200℃、及び350℃のいずれの場合でも同様の光学特性、耐候性を持ったものが得られることがわかった。本実施例におけるTiO₂-SiO₂系膜体において、TiとSiの比は、前述した20対80に限られるものではなく、光学部品母体の光学的性質に合わせて任意の比に変えることができる。

本実施例においては、金属アルコキシド：M(OR')₃のアルコキシド基：OR'基の1

9

10

つを、加水分解・縮重合反応に対して不活性な有機基：Rに置換したものとして、メチルトリエトキシシラン： $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ を用いているが、代りに、フェニルトリメトキシシラン： $\text{C}_6\text{H}_5\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ あるいは、ヘキシルトリメトキシシラン： $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ などを用いることもできる。

また屈折率制御を目的として、チタニウムテトラブトキシド： $\text{Ti}(\text{OBu})_4$ を用いたが、代りにチタニウムテトライソプロポキシド： $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$ 、チタニウムアセチルアセトナート錯体： $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_2(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_2$ などを用いることができる。

さらに、Tiの代りに、Zr、Snなどの金属有機化合物を用いても良好な膜体を光学部品母材に形成することができた。

本実施例で示した原理は、屈折率分布型ガラスレンズのみに限らず、球面レンズ、プリズム等にも当然適用できる。

比較例-1

シリコンテトラエトキシド： $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ 。

一種類のみの金属アルコキシドを原料に用いた場合について検討した。

まずシリコンテトラエトキシドのエタノール溶液に、希塩酸（1wt%）を加えて一時間攪拌した。ここで加えた希塩酸の量は、シリコンテトラエトキシドに対して希塩酸中の水がモル比で6倍となるようにした。また加えるエタノールの量は膜厚を変えるために変化させた。こうして得られた溶液は無色透明であり、該溶液をコーティング溶液とした。

上記溶液を用いて、実施例-1と同様に屈折率分布型レンズの未研磨面（最大粗さ $R_{\text{max}}=0.5\mu\text{m}$ ）への膜形成を行った。

本比較例においては、1回のコーティング操作で形成できる膜厚は最大 $0.4\mu\text{m}$ と薄く、第2図に示すようにレンズ表面凹凸に沿った凹凸が残って平滑面には至らず、また屈折率制御ができないため、膜体1と光学部品母体（レンズ）2との界面の反射率が増大した。

さらに、これ以上の膜厚の膜体を形成しようと

1 1

1 2

すると、第3図に示すように膜体1にひび割れを生じた。

（発明の効果）

本発明によれば、前述実施例及び比較例からも明らかな通り、研磨仕上げ前の粗い表面状態の光学部品母体を平滑化するのに十分な膜厚の膜体形成が可能となる。

従って研磨加工工程、または研削加工と研磨加工の両工程を省略することができ、加工費の大幅な節減を図ることができる。

さらに本発明に係る膜体は光学部品母体の保護層として働くため、該膜体を設けることにより表面平滑化した光学部品は、高い信頼性で使用する事ができる。

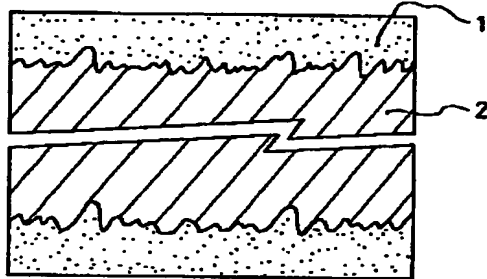
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明で得られる光学部品の要部を拡大して示す断面図、第2図及び第3図は本発明外の膜体を用いた場合に生じる問題を示す拡大断面図である。

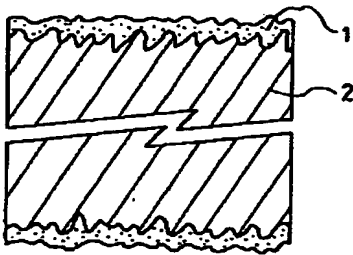
1…固体透明膜体、2…光学部品母体

1 3

第 1 圖 (實施例)



第 2 圖 (比較例)



第 3 圖 (比較例)

